

Д.А. СТРАТИЙЧУК, канд. техн. наук, ст. научн. сотрудн.,
ИСМ НАН Украины, г. Киев

ОСОБЕННОСТИ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ B_4C

В роботі розглянуто процеси подрібнення мікропорошку B_4C шляхом диспергування в планетарному активаторі та за допомогою техніки високого тиску без використання рідких середовищ. Згідно даних гранулометричного аналізу та електронної мікроскопії простежено залежність середнього розміру частинок та їх морфології від способу диспергування. При використанні методики подрібнення під високим тиском оптимізовано комірку високого тиску (Ta -пластини) та виявлено додаткове зменшення розміру частинок B_4C під час нагрівання при тиску 7,7 ГПа за рахунок рекристалізаційних процесів.

The processes of crushing of B_4C micro-powder by way of dispersing in a planetary activator and by the high-pressure technique, which is beyond liquid media use, were discussed in the paper. The dependence of the average particle size and their morphology from the method of crushing have been studied with use of granulometric analysis and electron microscopy. High-pressure cell (Ta - plates) was optimized when the method of crushing under high pressure was used. A further reduction of B_4C particle size was observed at the heating under a pressure of 7.7 GPa due to processes of re-crystallization.

В современном материаловедении керамик инженерного назначения можно выделить наиболее важные взаимосвязанные между собой проблемы.

Это – разработка новых материалов и поиск новых подходов для получения новых структурных типов, а также определения областей применения разработанных материалов [1 – 4].

Одним из важных фактором который позволяет манипулировать микро-структурным состоянием керамических материалов является деформационное состояние исходных компонентов [5].

Карбид бора как высокотвёрдое вещество с высокими упругими модулями представляет значительный интерес в материаловедении керамик.

Одним из основных недостатков которые сдерживают его практическое применение является низкая прочность и трещиностойкость.

В представленной работе рассмотрено влияние 2-х типов измельчения на свойства микропорошка карбида бора – как основного исходного компонента для получения новой сверхтвёрдой керамики.

В качестве исходного сырья был выбран микропорошок B_4C марки "ч" Запорожского абразивного комбината с размером частиц от

1 – 120 мкм (рис. 1), из которого была отобрана крупнозернистая фракция 30/100.

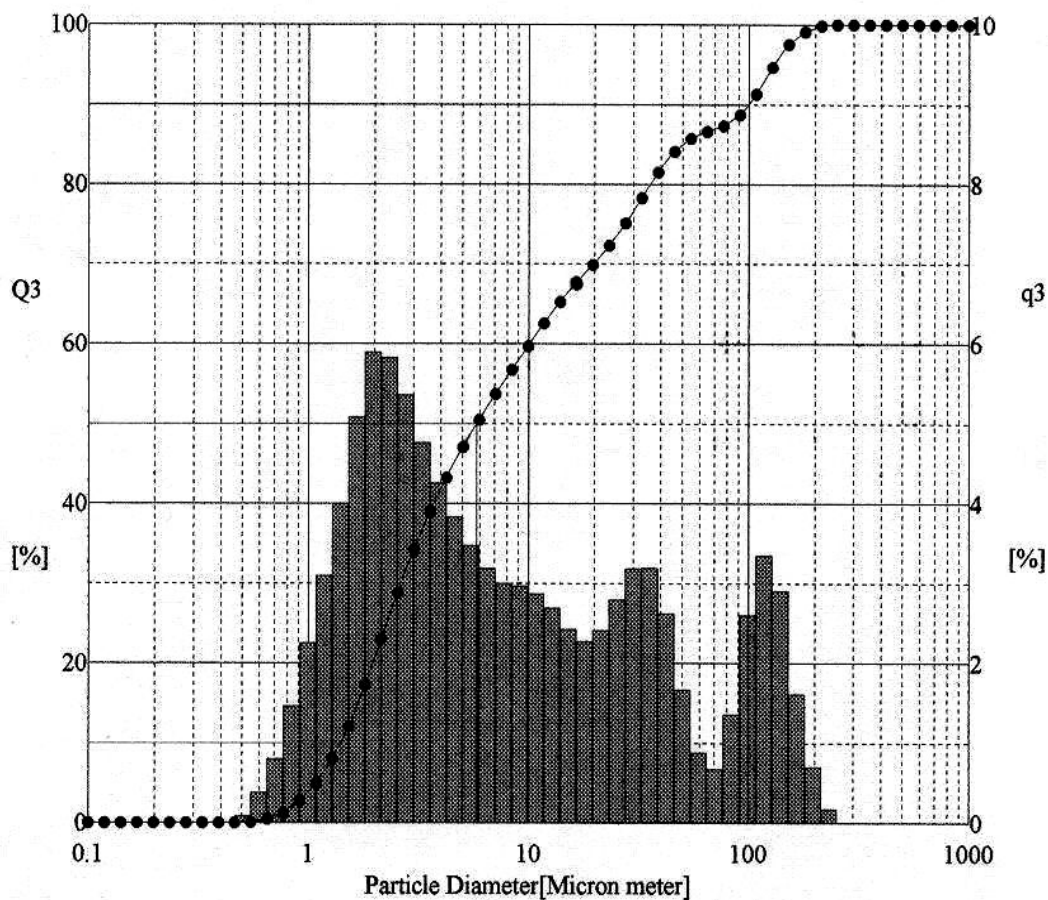


Рис. 1. Гранулометрический состав исходного микропорошка B_4C

Процессы измельчения проводились без использования жидких сред в высокоэнергетическом планетарном активаторе МПФ-1 и в аппарате высокого давления (АВД) типа «тороид-20».

В планетарном активаторе центробежное ускорение составляло от 60 до 80 g, в качестве рабочих тел использованы твёрдосплавные шары. Соотношение масс диспергируемое вещество/рабочее тело составляло 1/5.

Гранулометрический состав, полученных после размол порошков, определяли методом седиментации в H_2O на приборе SK LASER MICRON SIZER.

Используя сканирующую электронную микроскопию было показано, что частицы исходного B_4C являются монокристаллическими с преимущественно полиэдрической огранкой; поверхности их огранки были слаборельефными.

Осколки частиц размерами < 1 мкм представляли собой пластинки с разрыхленными приповерхностными зонами. Двойники которые являются характерным дефектом (как ростовым, так и деформационным) для кристаллов карбида бора, в исходных частицах не наблюдались.

Типичное электронно-микроскопическое изображение частиц приведено на рис. 2 а.

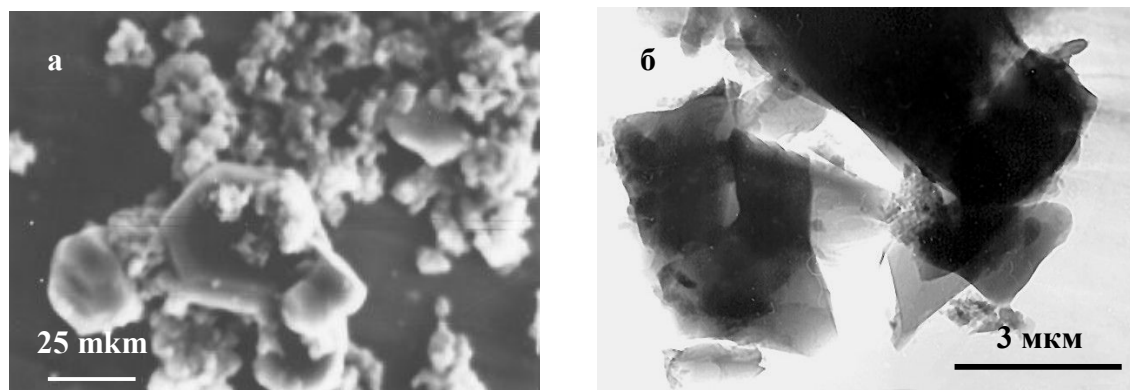


Рис. 2. Изображение частиц исходного B_4C (а) и после планетарного размола (б) 3 мин

В дальнейшем используя планетарный активатор был произведён размол порошка B_4C . Учитывая высокую хрупкость и достаточно высокую активность B_4C , а также для достижения изотипности условий в планетарном активаторе и АВД размол осуществляли без использования жидких сред. Время размола составляло 3 мин.

Результаты гранулометрического анализа микропорошка после размола представлены на рис. 3.

Как видно из данных имеет место резкое уменьшение среднего размера зерна и смещение гранулометрического центра в сторону субмикронных и нано-размерных величин. В целом трещинообразования и раскол частиц на несколько частей приводит к двух-фракционному составу полученного порошка.

Проверяя полученные данные гранулометрического состава методом электронной микроскопии было показана следующее (рис. 2 б): в результате высокоэнергетического воздействия микрочастицы приобрели ярко выраженную остроугловую морфологию и представлены как отдельными полиэдрическими формами субмикронного размера так и агломератами из частиц более меньшего размера.

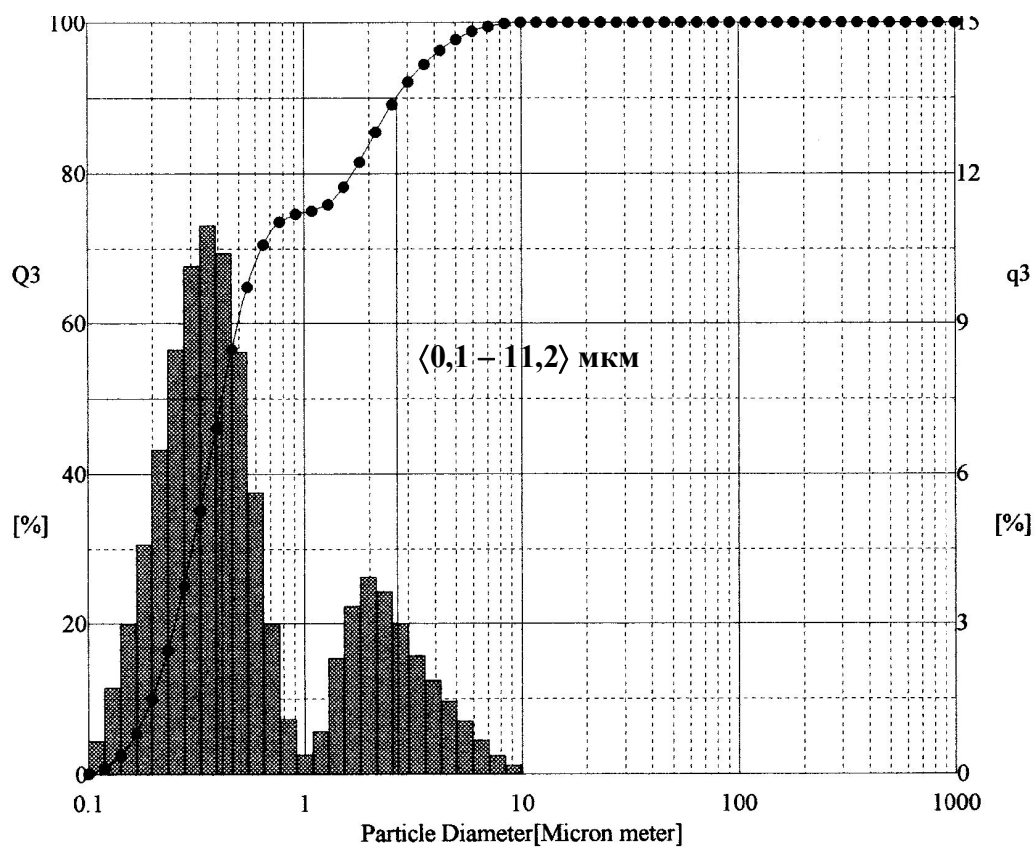
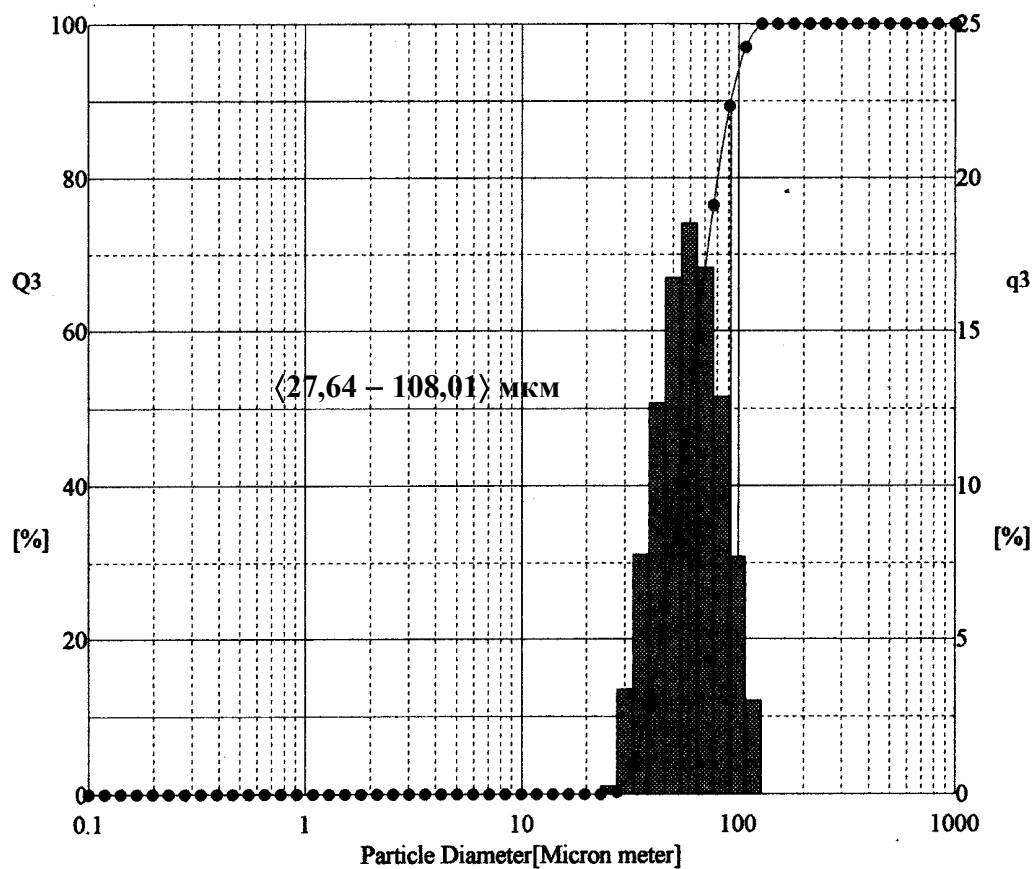


Рис. 3. Изменение гранулометрического состава микропорошка карбида бора после 3 мин планетарного диспергирования

Таким образом сформировался микропорошок в котором присутствуют частицы 2-х типов- отдельно стоящие субмикронные и агломераты из частиц размер которых граничит с нано-уровнем.

Следующим этапом исследования было изучения влияния статического давления на гранулометрический состав и структуру микропорошка B_4C .

На рис. 4 показана схема ячейки высокого давления которая была использована для создания необходимых барических условий в АВД.

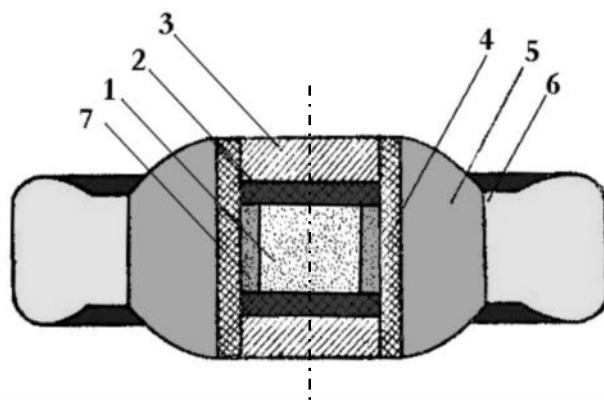


Рис. 4. Схема ячейки высокого давления (ЯВД):

- 1 – исходный порошок (B_4C); 2 – диски из Ta пластины;
 3 – торцевые диски из керамики на основе ZrO_2 ; 4 – графитовый нагреватель;
 5 – втулка из блочного $CaCO_3$; 6 – уплотнительное кольцо из прессованного $CaCO_3$;
 7 – втулка из $BN_{гр}$

Для усиления эффекта одноосного сжатия в конструкцию [6] классического аппарата высокого давления «торроид-20» были внесены изменения в виде танталовой пластины толщиной 2 мм, что позволило добиться более глубокой степени диспергирования. При проведения эксперимента определённая порция микропорошка B_4C была расположена в центральной части ячейки между 2-я танталовыми пластинами и подвергнута сжатию квазигидростатическим давлением 7,7 ГПа при 293 К.

Как показали исследования гранулометрического состава процессы разрушения микрочастиц происходят непосредственно при увеличении давления и прекращаются при его стабилизации.

На рис. 5 представлены результаты гранулометрического анализа для данного типа измельчения.

Видно, что применение статических методов приводит к образованию более моногамной порошковой массе где на ряду с крупными зёрнами в со-

измеримом количестве присутствуют частицы субмикронного диапазона, а средний размер зерна уменьшается более чем в 3 раза.

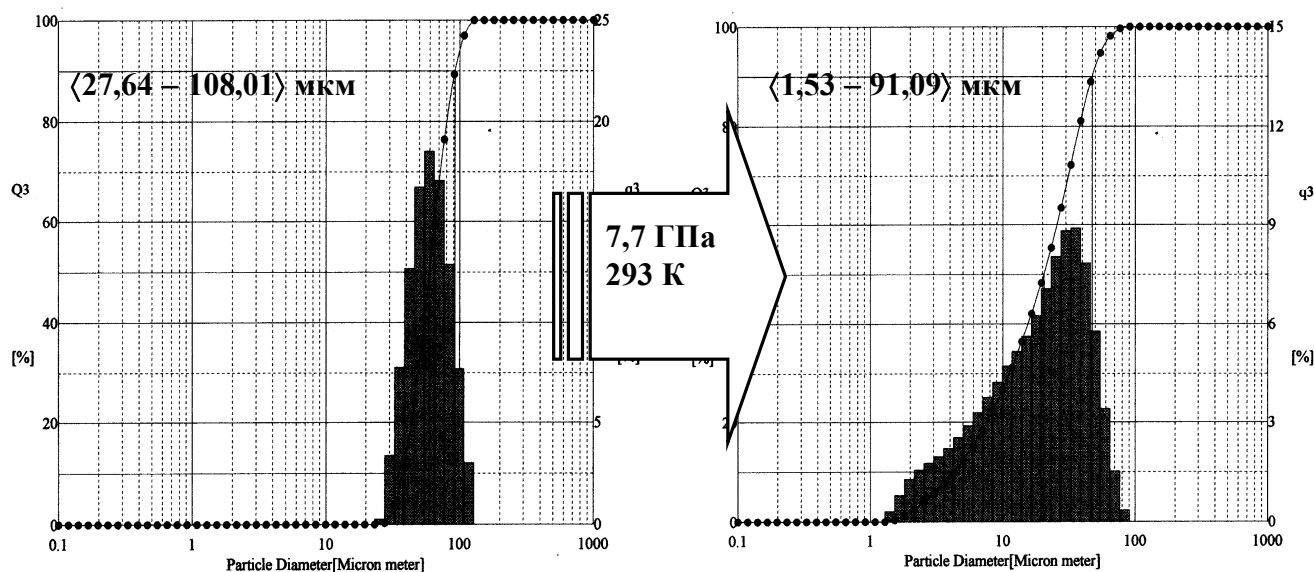


Рис. 5. Изменение гранулометрического состава микропорошка B_4C после воздействия квазигидростатического давления 7,7 ГПа при $T = 293$ К

Согласно данным электронной микроскопии при статическом сжатии порошка под высоким давлением происходит хрупкое разрушение как крупных зёрен, так и мелких поликристаллических сростков с образованием остроугольных осколков и агрегатов содержащих магистральные трещины.

Данный эффект следует рассматривать как самоиндентирование при преимущественно одноосном сжатии что несомненно приводит к появлению мелкосоставляющей фракции на ряду с крупными (20 – 90 мкм) зёрнами.

На данном примере показано эффективное влияние техники высокого давления на средний размер частиц карбида бора, что в дальнейшем может использоваться для получения высокоплотных мелкозернистых композиционных материалов.

Примечательно, что дальнейшее нагревание в ячейке высокого давления уже полученного дисперсного продукта до высоких температур (2273 К) приводит к дополнительному уменьшению размеров агрегатов, появлению двойников и нанопор.

При этом система эволюционно наследует зёрненный состав микропорошка который сформировался при температуре 293 К и $P = 7,7$ ГПа.

На рис. 6 показано изображение отдельного зерна B_4C после воздействия дополнительного нагревания.

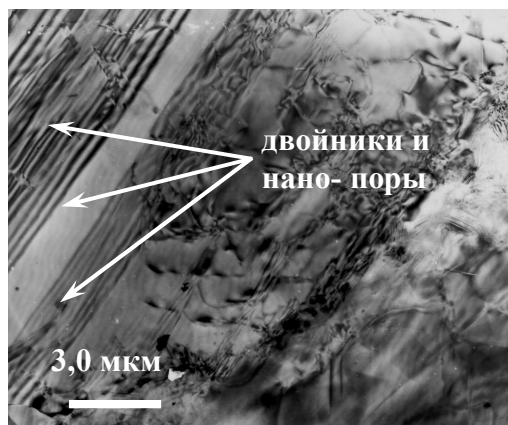


Рис. 6. Изображение зерна B_4C в керамике полученной при $P - 7,7$ ГПа и $T - 2273$ К. Стрелками показаны двойники.

Значительное уширение дифракционных линий (согласно данным *XRD*-анализа) отвечающих 104, 021, 113 рефлексам по отношению к исходного порошку также свидетельствует о появлении мелкодисперсной дефектной фазы с многочисленными границами зёрен и дислокаций.

Выводы:

Таким образом проведя сравнительный анализ процессов измельчения микропорошка карбида бора двумя независимыми методами было показано, что использование высокоэнергетического размола приводит к формированию остроугольной морфологии частиц 2-х типов размеров: субмикронные от 10 до 1 – 2 мкм и частиц с размером менее 1 мкм.

Применяя статические методы разрушения при 7,7 ГПа формируется продукт более равномерный по гранулометрическому составу где в равной степени представлены как крупные агломераты так и мелкозернистые частицы.

Представленная работа является модельной и показывает характер поведения хрупкого высокотвёрдого материала в 2-х различных условиях диспергирования. В дальнейшем результаты этих исследований были положены в основу исследования особенностей спекания керамических материалов на основе карбида бора при давлениях от 2 до 8 ГПа с целью получения B_4C -композитов с повышенными физико-механическими характеристиками.

Список литературы: 1. *Haines J.* The search for superhard materials: a new approach / *J. Haines, J.M. Leger* // Сверхтвердые материалы. – 1998. – № 2. – С. 3 – 9. 2. *Lowther J.E.* Symmetric structures of ultrahard materials / *J.E. Lowther* // J. Amer. Ceram. Soc. – 2002. – Vol. 85. – P. 55 – 58. 3. *Evans A.G.* Perspective on the development of high-toughness ceramics / *A.G. Evans* // J. Amer. Ceram. Soc. – 1990. – Vol. 73, № 2. – P. 187 – 206. 4. *Lutz E.H.* K^R -curve behavior of duplex ceramics / *E.H. Lutz, N. Claussen* // ibid. – 1991. – Vol. 74, № 1. – P. 11 – 18. 5. *Becher P.F.* Microstructural design of toughened ceramics / *P.F. Becher* // ibid. – 1991. – Vol. 74, № 2. – P. 255 – 269. 6. *Бакуль В.Н.* Зависимость стойкости геометрически подобных камер высокого давления от рабочего объема / *В.Н. Бакуль, А.И. Прихна, А.В. Герасимович* // Синтетические алмазы. – 1974. – Вып. 3. – С. 3 – 8.

Поступила в редколлегию 11.06.10

УДК 65.011.56: 681.5.015

М.О. КАРЧЕВСЬКА, асистент, КНТУ, м. Кіровоград, Україна

ДОСЛІДЖЕННЯ РУЙНУВАННЯ ТВЕРДОГО В КУЛЬОВИХ МЛИНАХ З МЕТОЮ ІДЕНТИФІКАЦІЇ ЗАВАНТАЖЕННЯ

Приведені результати дослідження руйнування твердого в кульових млинах з метою ідентифікації завантаження. Показано, що ідентифікацію завантаження кульового млина рудою слід здійснювати на певній відстані від завантажувальної горловини технологічного агрегату. На рівень сигналу пружного первинного перетворювача впливає сумарний об'єм твердого, що руйнується, і міцність руди. Розмір частинок твердого на рівень сигналу не впливає.

The results of research of destruction are resulted hard in ball mills with the purpose of authentication of load. It is rotined that it is necessary to carry out authentication of load of ball mill ore on certain distance from the load mouth of technological aggregate. On the level of signal of resilient primary transformer a total volume influences hard, which collapses, and durability of ore. The size of particles of hard on a level signal does not influence.

Вступ. Бідні залізні руди, які збагачують, подрібнюють в основному в кульових млинах, що споживають майже 50 % всіх енергетичних витрат, велику кількість куль і футерівки. Тому розв'язання проблеми зменшення енергетичних і матеріальних витрат спрямовані на реалізацію Державної науково-технічної програми «Ресурсозберігаючі технології нового покоління в гірничо-металургійному комплексі», затвердженої Законом України «Про основи